

热变形和淬火配分处理的复合作用对低碳合金钢
马氏体相变机制的影响*王存宇¹⁾ 常颖²⁾ 杨洁³⁾ 赵坤民²⁾ 董瀚¹⁾

1) 钢铁研究总院华东分院, 北京 100081

2) 大连理工大学汽车工程学院工业装备结构分析国家重点实验室, 大连 116024

3) 长城汽车股份有限公司技术中心, 保定 071000

摘要 利用热变形和两步淬火配分(quenching and partitioning, Q&P)工艺的复合作用制备低碳合金钢试样, 设计不同的热变形温度, 研究加载(获得30%变形量)引起的应力和塑性变形对Q&P工艺下马氏体相变开始温度(M_s), 残余奥氏体含量和力学性能的影响。结果表明, 与传统两步Q&P工艺相比, 复合作用下显微组织细化, 尤其是随着变形温度的降低细化更明显, 马氏体板条呈现弯曲形貌。随着变形温度升高, M_s 升高, 但马氏体转变量却有所下降, 其原因是应力引起的位错多在奥氏体母相晶界处出现, 成为马氏体相变优先形核的位置, 而一旦发生相变, 一定的塑性应变将提高晶内奥氏体的稳定性, 从而促进残余奥氏体含量增加。复合作用下试样的力学性能也有所提高, 在650 °C变形时试样的硬度最高, 而在750 °C变形时试样的塑性最好。

关键词 热变形, 淬火配分, 马氏体相变, 应力

中图法分类号 TG113.12

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2015)08-0913-07

THE COMBINED EFFECT OF HOT DEFORMATION
PLUS QUENCHING AND PARTITIONING TREATMENT
ON MARTENSITE TRANSFORMATION OF LOW
CARBON ALLOYED STEELWANG Cunyu¹⁾, CHANG Ying²⁾, YANG Jie³⁾, ZHAO Kunmin²⁾, DONG Han¹⁾

1) East China Branch of Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081

2) State Key Laboratory of Industrial Equipment Structural Analysis, School of Automotive Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024

3) Technology Center, Great Wall Motor Company Limited, Baoding 071000

Correspondent: CHANG Ying, associate professor, Tel: (0411)84706475,

E-mail: yingc@dlut.edu.cn

Supported by National Basic Research Program of China (No.2010CB630803), National Natural Science Foundation of China (Nos.51101036, 51201093 and 11472072), Fundamental Research Funds for the Central Universities (No.DUT15QY09) and Natural Science Foundation of Liaoning Province (No.2014028001)

Manuscript received 2014-12-26, in revised form 2015-03-18

ABSTRACT A combined process of hot deformation with different deformation temperatures plus two-step quenching and partitioning (Q&P) treatment was applied to low carbon alloyed steel. The effect of stress

* 国家重点基础研究发展计划项目 2010CB630803, 国家自然科学基金项目 51101036, 51201093 和 11472072, 中央高校基本科研业务费项目 DUT15QY09 及辽宁省自然科学基金项目 2014028001 资助

收到初稿日期: 2014-12-26, 收到修改稿日期: 2015-03-18

作者简介: 王存宇, 男, 1979 年生, 高级工程师, 博士

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00709

(30% plastic deformation) on the start temperature of martensite transformation (M_s), volume fraction of retained austenite and mechanical properties was analyzed. It found that comparing with specimen treated by conventional two-step Q&P process, the microstructure of steel treated by combined process was finer and finer with the decreasing hot deformation temperature, and the typical curved micromorphology of martensite exists. Moreover, the M_s of specimen treated by combined process is increased with the increasing of deformation temperature. The effect of stress on the M_s can be attributed to the effect of stress on the grain boundaries of austenitic parent phase, where a large amount of dislocation induced by the stress is prior to occur so as to promote formation of martensite. However, the stability of untransformed austenite was improved by the plastic deformation when martensite transformed so as to get the more retained austenite (the highest volume fraction of retained austenite obtained by combined process of hot deformation at 750 °C is 17.2%). Moreover, the mechanical properties were improved by the combined process, namely, the highest hardness of specimen were obtained when hot deformation at 650 °C and the highest plasticity were obtained when hot deformed at 750 °C.

KEY WORDS hot deformation, quenching and partitioning, martensite transformation, stress

高强度淬火态马氏体钢很少在不回火的情况下直接使用^[1,2], 传统淬火+回火(quenching and tempering, Q-T)工艺是常用的强韧化方法, 回火可以提高马氏体钢的塑性和韧性, 但也会导致强度和硬度水平大幅度降低^[3,4]. 2003 年, Speer 等^[5]针对马氏体钢最先提出了淬火+碳配分(quenching and partitioning, Q&P)工艺, 即通过先淬火至某一等温淬火温度(quenching temperature, QT, $M_s > QT > M_f$, M_s 为马氏体相变开始温度, M_f 为马氏体相变结束温度), 获得一部分马氏体组织, 再控制 C 从先形成马氏体向未转变奥氏体的配分, 最后淬火至室温, 得到主要由马氏体和富 C 的残余奥氏体组成的多相组织^[6-15].

2009 年, Speer 和 Matlock^[16]提出了热轧之后直接进行 Q&P 工艺处理生产高性能热轧板的构想, Chandra 等^[17]以 0.2C-2.0Mn-1.5Si-0.6Cr 钢为研究对象, 热变形之后进行淬火配分工艺处理, 研究发现, 钢的屈服强度大于 1100 MPa, 并且比传统热处理工艺样品具有更好的延展性和冲击韧性, 文献[18]和[19]也得到类似的结果. 可见, 热变形之后进行淬火配分处理对于钢板性能的提升已经得到了很好的研究证实. 因为 Q&P 工艺处理钢由一次淬火马氏体(产生于第一次淬火)、二次淬火马氏体(产生于第二次淬火)和残余奥氏体构成, 工艺处理中马氏体含量对于钢的显微组织变化和力学性能有着非常重要的作用.

1959 年, Koistinen 和 Marburger^[20]提出了变温条件下马氏体含量与 M_s 的变化关系:

$$\xi = 1 - \exp[-\theta(M_s - T)] \quad (1)$$

式中, ξ 表示马氏体转变量, θ 为反映马氏体转变速率的材料常数, T 表示 M_s 以下的某一温度. 此时, 马氏体相变仅考虑了温度场对其转变量的影响.

1973 年, Guimaraes 和 Shyne^[21]将式(1)简化如下:

$$\xi = 1 - \exp[-0.011(M_s - T)] \quad (-80^\circ\text{C} < T < M_s) \quad (2)$$

式中, 可以将式(1)中的 θ 看成是常数 0.011.

式(1)和(2)非常广泛地应用于各大主流冲压模拟软件中, 如 LS-DYNA 至今仍延用式(1)来求解汽车 B 柱等几何结构件上的马氏体含量, 在一定程度上能够反映马氏体相变特征. 但是, 上述公式的应用也存在很大的局限性, 一方面设定 M_s 为定值, 将马氏体含量仅依赖于温度变化, 而忽视了应力作用对 M_s 的影响; 另一方面, 软件中量化马氏体含量时没有考虑应力作用对马氏体转变速率的影响. 这些均导致模拟精度尚不能真实反映相变过程. 本工作以 CrNi3Si2MoV 钢为研究对象, 进行热变形+Q&P 处理工艺, 研究形变相变耦合效应对马氏体相变机制、显微结构和力学性能等的影响, 解释加载引起的应力存在条件下 Q&P 处理低碳合金钢的相变行为特征.

1 实验方法

CrNi3Si2MoV 钢的化学成分(质量分数, %)为: C 0.21, Si 1.75, Mn 0.29, Cr 1.03, Ni 2.86, Mo 0.31, V 0.08, Nb 0.049, S 0.0007, P 0.006, Fe 余量. 采用膨胀法测得 M_s 为 375 °C, M_f 为 175 °C. 试样尺寸为直径 10 mm×80 mm 的圆柱, 通过 Gleeble 3800 热模拟试验机设计 2 种处理方式, 如图 1 所示. 图 1a 为热变形+Q&P 处理的耦合工艺: 试样先加热至 900 °C 并保温 5 min, 然后分别冷却至 850, 750 和 650 °C 保温 10 s, 再以 1 s⁻¹ 的应变速率压缩 30%, 然后冷却至 330 °C 保温 1 min, 再升温到 500 °C 保温 1 min, 最后淬火到室温. 图 1b 是传统的两步 Q&P 处理工艺. 实验采用的加热和冷却速率为 10 °C/s.

采用 PHILIPS APD-10 型 X 射线衍射仪(XRD,

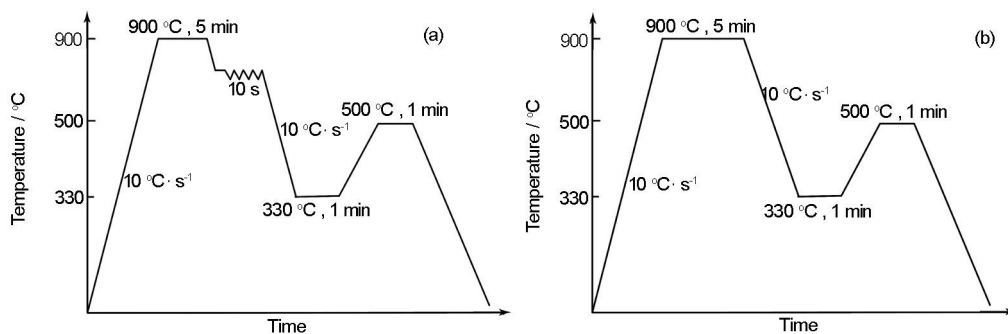


图1 热变形+淬火配分(Q&P)处理的工艺流程

Fig.1 Schematic of hot deformation and Q&P treatment process (Q&P—quenching and partitioning)

(a) combined process

(b) conventional two-step Q&P process

CoK α) 测量残余奥氏体量. 用线切割机将热压缩样品的变形部分沿轴向切开, 经机械研磨和抛光后, 用 2% (体积分数) 的硝酸酒精侵蚀, 用 S-4300 型场发射扫描电子显微镜(FE-SEM)和 JEM-2010 型透射电镜(TEM)进行显微组织观察. 将试样加工成长 3.5 mm, 直径 7.5 mm 的小圆柱, 利用 VL2000DX-SVF17SP&15FTC 型高温激光共聚焦显微镜(HTL-CM)对奥氏体化后淬火过程中的马氏体相变进行原位实验观察, 为了清楚地观察奥氏体晶界和马氏体转变过程, 试样首先加热到 1300 °C, 保温 1 min, 然后以 400 °C/min 的速率冷却至室温, 观察冷却时马氏体相变过程. 利用 VH-5 型 Vickers 硬度仪测试试样的硬度. 经 Gleeble 热模拟试验机处理过的样品, 加工成如图 2 所示的非标试样评价单轴拉伸性能.

2 实验结果及讨论

2.1 高温激光共聚焦法观察降温过程中马氏体相变优先形核位置和形成过程

采用 HTLCM 对奥氏体降温过程中的马氏体相变过程进行原位观察, 结果如图 3 所示. 可见, 随着温度的降低, (1) 马氏体优先在奥氏体晶界形核并向晶内长大, 如图 3a 中箭头 1 所示, 贯穿整个晶粒, 还会促使相邻晶粒内的马氏体相变, 如图 3b 中箭头 2 所示; (2) 马氏体形核后与先形成的马氏体以一定的角度(60°或 120°)向奥氏体内部生长, 如图 3b 中箭头 3 所示; (3) 马氏体在角隅处形核, 如图 3b 中箭头 4 所示. 马氏体相变属于变温相变, 马氏体量的增加不是依靠马氏体板条长度和厚度的增加, 而是随着温度的降低不断有新的马氏体板条成批次的形成. 新形成的马氏体板条与先形成的马氏体板条主要有 3 种机制: (1) 相邻且平行, 如图 3c 中箭头 5 所示; (2) 不相邻但平行, 如图 3d 中箭头 6 所示; (3) 近似平

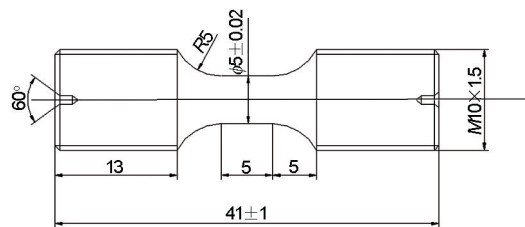


图2 单轴拉伸试样尺寸图

Fig.2 Dimension of the specimen in uniaxial tension test

(unit: mm)

行, 如图 3d 中箭头 7 所示. 从图 3 还可以发现, 淬火过程中, 马氏体的形成不是均匀分布, 而是在某些区域呈批次增加, 将未转变奥氏体不断分割成尺寸不同的若干区域, 呈现出组织不均匀特征. 研究表明, 这种组织不均匀为 Q&P 工艺处理钢获得更多的残余奥氏体起到了积极作用.

2.2 相变前热变形对 Q&P 钢的 M_s 、显微结构和力学性能的影响

2.2.1 微观组织 图 4 为奥氏体化后的试样分别经过 650 和 750 °C 的热变形+Q&P 工艺以及传统的两步 Q&P 工艺处理后显微组织的 SEM 像. 可以看出, 经过不同工艺处理后各试样除板条马氏体以外, 还存在尺寸为 1~3 μm 的条块状组织, 这些组织较难腐蚀. 研究^[22]表明, 其中被腐蚀掉的为 Q&P 工艺中形成的一次淬火马氏体(M1, 图 4a), 由于其在配分过程中将发生回火, 较容易被腐蚀; 而条块状形貌组织为二次淬火马氏体(M2, 图 4a), 形成于第二次淬火过程中, 由于其是淬火态而不易被腐蚀. 用 IPWin60C 软件统计分析了显微组织中二次淬火马氏体的平均尺寸, 结果显示, 与传统 Q&P 工艺处理的样品的 0.179 μm (图 4c)相比, 热变形+Q&P 工艺处理的样品中分别细化到 0.157 μm (图

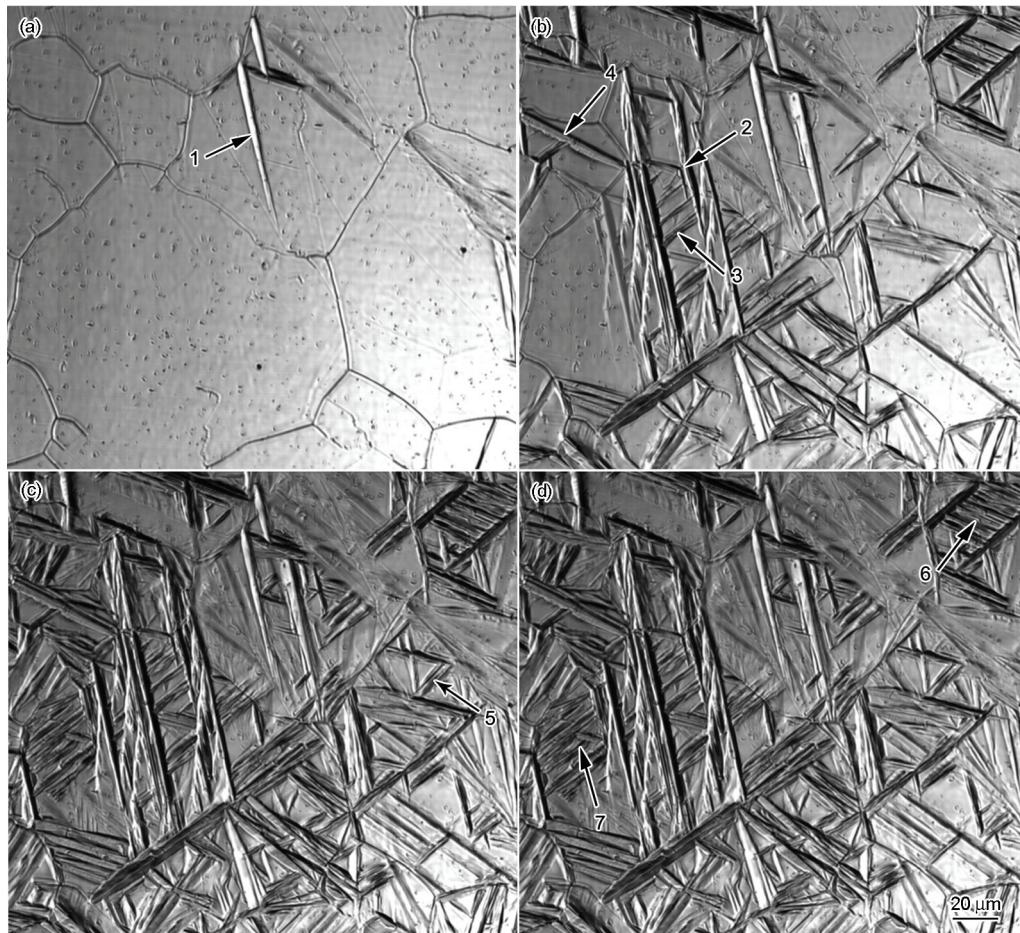


图3 原位观察降温时马氏体优先形核位置和相变形核长大过程

Fig.3 HTLCM images show the formation and growth of martensite during the quenching treatment at 362.9 °C (a), 358.5 °C (b), 356.6 °C (c) and 350.7 °C (d) (Arrow 1 indicates martensite nucleates in the grain boundary, arrow 2 indicates martensite transformation promoted in the adjacent grain, arrow 3 indicates new formed martensite, arrow 4 indicates martensite nucleates in the corner of austenite grain, arrow 5 indicates adjacent and parallel martensite, arrow 6 indicates non-adjacent but parallel martensite and arrow 7 indicate approximately parallel martensite)

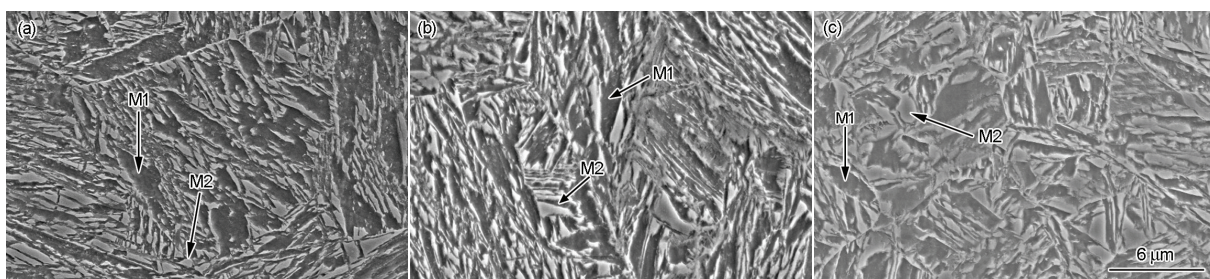


图4 热变形+Q&P工艺和传统Q&P工艺处理后显微组织的SEM像

Fig.4 SEM images of samples treated by Q&P process after hot deformation at 650 °C (a), 750 °C (b) and conventional Q&P process (c) (M1—initial martensite, M2—fresh martensite)

4a)和0.169 μm (图4b), 尺寸明显细化。

不同温度热变形+Q&P处理和传统Q&P处理后样品的TEM像如图5所示。可以看出, 不同实验条件下, 钢的显微组织主要由细化的板条马氏体(M), 薄膜状残余奥氏体(γ)和细小碳化物构成。变形后的过冷奥氏体母相在后续Q&P工艺处理过程中

发生了马氏体转变, 但仍保留着变形组织特征, 如图5a和b方框区域所示的具有弯曲形状特征的马氏体板条形貌, 这种变形组织特征随变形温度的降低而更加明显, 而这种现象在传统Q&P工艺处理的样品中不存在。不同工艺处理样品中残余奥氏体主要以薄膜状形式存在, 宽度小于100 nm。

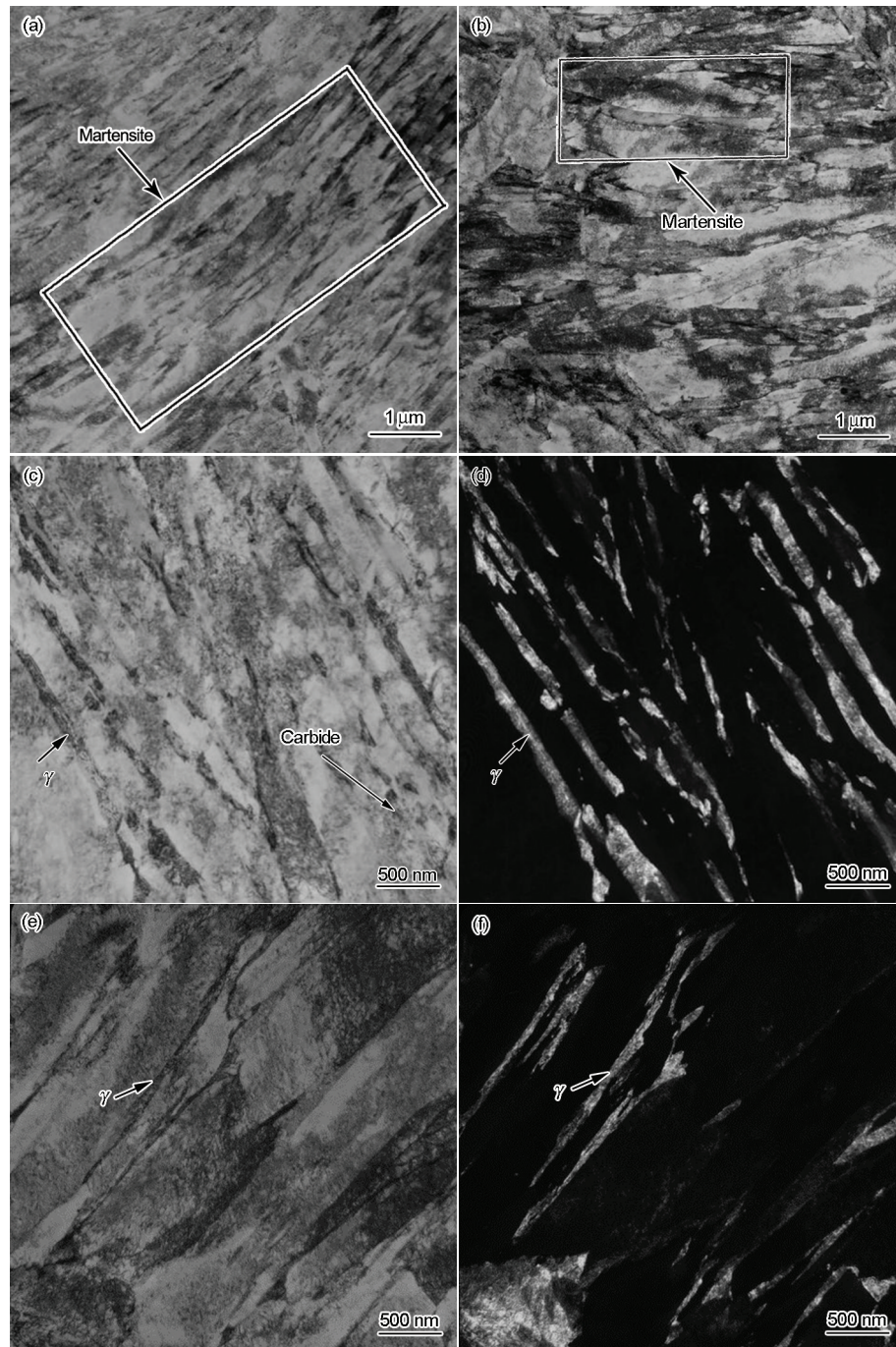


图5 不同温度热变形+Q&P处理和传统Q&P处理的板条马氏体和残余奥氏体的TEM像

Fig.5 Bright field (a~c, e) and dark field (d, f) TEM images of samples treated by Q&P process after hot deformation at 650 °C (a), 750 °C (b), 850 °C (c, d) and conventional Q&P (e, f)

2.2.2 M_s 和残余奥氏体含量 关于加载引起的应力对马氏体相变的影响, Olson 和 Cohen^[23]以及徐祖耀^[24]相继提出了应力对合金的非扩散型相变的诱发或抑制作用. 实际上, 应力对 M_s 的作用可以归结为应力对奥氏体母相晶界的作用^[17]. 图3a显示了马氏体主要在奥氏体母相晶界处优先形核, 因此, 应力引起的形变量不太大时, 由其引起的集中在奥氏体母相的大量位错将是诱发相变、提高 M_s 的主要

来源. 不同热变形温度(30%变形量)+Q&P工艺的复合作用下, 试样径向体积随温度的变化曲线如图6所示. 利用膨胀仪测得该钢的 M_s 为375 °C, 而图6中显示出当应力(30%形变量)存在时, M_s 有所升高, 并且随着热变形温度的升高, 试样的 M_s 升高, 即热变形温度为650, 750和850 °C的 M_s 分别为395, 410和421 °C. 可见, 该实验条件下的热变形能够促进马氏体相变, 其应力与 M_s 存在一定的影响关系. 另外, 随

热变形温度升高, 试样的膨胀量变小, 即相应地发生爆发式相变的趋势减小, 其原因是虽然热变形促使 M_s 升高, 但变形温度较高时, 将发生部分再结晶现象, 再结晶晶粒分布在原奥氏体晶界处, 消耗了热变形产生的位错, 使得晶界处马氏体优先形核的数目有所减少。

XRD 测试结果表明, 传统 Q&P 工艺处理样品的残余奥氏体量为 14.0%, 相比之下, 热变形+Q&P 工艺获得了更多的残余奥氏体, 其中 650、750 和 850 °C 变形+Q&P 处理分别获得 14.3%、17.2% 和 16.4% 的残余奥氏体。可见, 热变形+Q&P 工艺处理后的试样显微结构中有更多的残余奥氏体。结合图 6 可知, 尽管在 750 和 850 °C 变形后 M_s 比 650 °C 变形的高, 即马氏体相变因应力作用提前发生, 但因其残余奥氏体含量更多, 使得马氏体相变转化率有所减小。

刘春成等^[25]提出, 相变前加载引起的应力作用将使晶粒间光滑平整的晶界形态变成不规则的波纹状, 从而在晶界处局部产生了较高晶界能的小区域, 这将作为马氏体相变优先形核的地点, 从而对 M_s 产生影响, 这与本工作的实验现象相吻合。另外, 一旦发生塑性变形, 伴随着晶界形核逐渐耗尽, 也就是说, 有利于形核的地点很快就会被消耗, 其相应的塑性应变能够提高晶内母相奥氏体的屈服强度, 而马氏体相变属于切变型, 母相强度的提高会阻碍切变过程的实现, 相当于增加了相变的阻力, 反而降低了马氏体相变速率和相变转化率, 使母相更加稳定, 即出现了机械稳定化, 因此, 虽然 750 和 850 °C 热变形+Q&P 工艺复合作用后 M_s 有所提高, 但相变前的塑性应变使得奥氏体母相稳定性也明显提高, 导致残余奥氏体量的增加。

2.2.3 力学性能 测试结果表明, 不同条件下试样的硬度分别为 395 HV (Q&P), 426 HV (650 °C + Q&P), 412 HV (750 °C + Q&P) 和 405 HV (850 °C + Q&P)。与传统 Q&P 工艺相比, 热变形+Q&P 工艺处理的试样具有更高的硬度, 随变形温度的降低, 热变形+Q&P 工艺处理试样的硬度也逐渐升高。用非标试样表征的单轴拉伸曲线如图 7 所示。可见, 与传统 Q&P 工艺相比, 热变形+Q&P 工艺处理的试样不但强度有所提高, 而且延伸率也明显增大。变形产生的大量位错在淬火过程中被马氏体继承, 以及变形导致的组织细化是导致强度提高的重要原因^[26]; 热变形+Q&P 工艺处理的试样较传统 Q&P 工艺获得了更多的残余奥氏体, 文献[22]研究

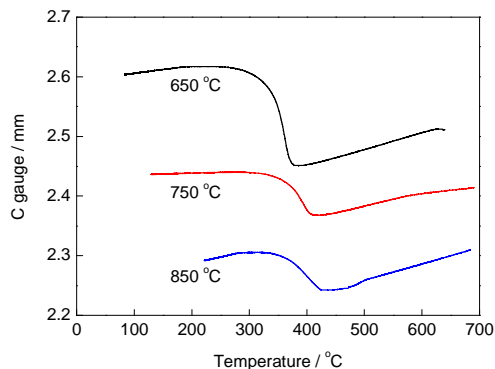


图 6 热变形温度对马氏体相变开始温度 M_s 的影响

Fig.6 Effect of deformation temperature on start temperature of martensite transformation M_s .

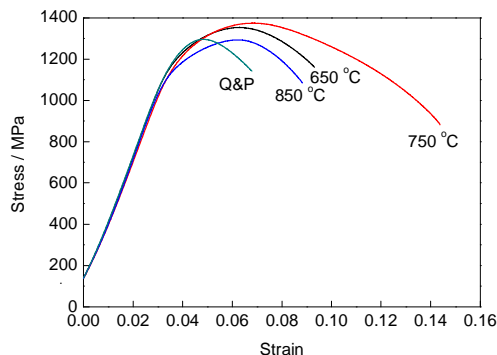


图 7 不同工艺制得试样的单轴拉伸曲线

Fig.7 Uniaxial tensile curves of specimens obtained by different processes

结果表明, Q&P 工艺处理钢的塑性随残余奥氏体量的增加呈线性增加, 残余奥氏体的相变诱发塑性 (TRIP) 效应是钢塑性提高的主要原因, 尤其是 750 °C 变形+Q&P 工艺处理的试样获得最大残余奥氏体量为 17.2%, 其塑性水平也最高。

3 结论

(1) 与传统两步 Q&P 工艺下制得的试样相比, 热变形(30%变形量)+Q&P 工艺的复合作用下, 试样显微组织细化, 包括细化的马氏体板条和薄膜状的残余奥氏体, 组织细化随着变形温度的降低而更明显, 另外, 马氏体板条显示出典型的弯曲形貌特征。

(2) 复合作用时, 热变形温度升高促使马氏体相变开始温度 M_s 升高, 由于应力引起的位错将在奥氏体母相晶界处出现, 成为马氏体相变的优先形核位置。然而一旦相变开始, 一定的塑性应变将提高晶内奥氏体的稳定性, 促进残余奥氏体量增加而使马氏体含量降低, 如 750 °C 热变形时残余奥氏体量可达 17.2%。

(3) 相对于传统 Q&P 工艺, 热变形+Q&P 复合工艺可以作为获得更高强度、高塑性钢铁材料的制备方法。

参考文献

- [1] Briant C L, Banerji S K. *Metall Trans*, 1979; 10A: 1729
- [2] Lee W S, Su T T. *J Mater Process Technol*, 1999; 87: 198
- [3] Salemi A, Abdollah-Zadeh A. *Mater Charact*, 2008; 59: 484
- [4] Matlock D K, Brautigam V E, Speer J G. *Mater Sci Forum*, 2003; 426-432: 1089
- [5] Speer J, Matlock D K, De Cooman B C, Schroth J G. *Acta Mater*, 2003; 51: 2611
- [6] Santofimia M J, Speer J G, Clarke A J, Zhao L, Sietsma J. *Acta Mater*, 2009; 57: 4548
- [7] Wang C Y, Shi J, Cao W Q, Hui W J, Wang M Q, Dong H. *Acta Metall Sin*, 2011; 47: 720
(王存宇, 时 捷, 曹文全, 惠卫军, 王毛球, 董 瀚, 金属学报, 2011; 47: 720)
- [8] Clarke A J, Speer J G, Matlock D K, Rizzo F C, Edmonds D V, Santofimia M J. *Scr Mater*, 2009; 61: 149
- [9] Rizzo F, Martins A R, Speer J G. *Mater Sci Forum*, 2007; 539-543: 4476
- [10] Wang C Y, Shi J, Cao W Q, Dong H. *Mater Sci Eng*, 2011; A527: 3442
- [11] Cheng L, Wu K M, Wan X L, Wei R. *Mater Charact*, 2014; 87: 86
- [12] Marder A R, Krauss G. *Trans ASM*, 1969; 69: 957
- [13] Hao Q G, Wang Y, Jia X S, Zuo X W, Chen N L, Rong Y H. *Acta Metall Sin (Engl Lett)*, 2014; 27: 444
- [14] Hsu T Y, Jin X J, Rong Y H. *J Alloys Compd*, 2013; 577: S568
- [15] Xiong X C, Chen B, Huang M X, Wang J F, Wang L. *Scr Mater*, 2013; 68: 321
- [16] Speer J G, Matlock D K. *World Iron Steel*, 2009; 1: 31
- [17] Chandra T, Ionescu M, Mantovani D. *Mater Sci Forum*, 2012; 706-709: 2824
- [18] Zhou S, Zhang K, Chen N L, Gu J F, Rong Y H. *ISIJ Int*, 2011; 51: 1688
- [19] Thomas G A, Speer J G, Matlock D K. *Metall Mater Trans*, 2011; 42A: 3652
- [20] Koistinen D P, Marburger R E. *Acta Metall*, 1959; 7: 59
- [21] Guimaraes J R C, Shyne J C. *Metall Trans*, 1973; 2: 2063
- [22] Wang C Y. *PhD Dissertation*, Central Iron & Steel Research Institute, Beijing, 2010
(王存宇. 钢铁研究总院博士学位论文, 北京, 2010)
- [23] Olson G B, Cohen M. *J Less-Common Met*, 1972; 28: 107
- [24] Hsu T Y. *Martensitic Transformation and Martensite*. 2nd Ed., Beijing: Science Press, 1999: 690
(徐祖耀. 马氏体相变与马氏体. 第二版, 北京: 科学出版社, 1999: 690)
- [25] Liu C C, Yao K F, Gao G F, Liu Z. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 1125
(刘春成, 姚可夫, 高国峰, 刘 庄. 金属学报, 1999; 35: 1125)
- [26] Zhang Y J, Wang C Y, Liu W Z, Cao W Q. *Trans Met Heat Treat*, 2013; 34(5): 97
(张玉杰, 王存宇, 刘文忠, 曹文全. 材料热处理学报, 2013; 34(5): 97)

(责任编辑: 肖素红)